(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES 70 24 SEP 2004 PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIO

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum 2. Oktober 2003 (02.10.2003)

**PCT** 

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer WO 03/080512 A1

(51) Internationale Patentklassifikation7: C01B 13/36, B01D 61/14

PCT/EP03/02859

C01F 5/22,

(21) Internationales Aktenzeichen: (22) Internationales Anmeldedatum:

19. März 2003 (19.03.2003)

(25) Einreichungssprache:

Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache:

Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:

102 13 310.7

25. März 2002 (25.03.2002)

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): IMB + FRINGS WATERSYSTEMS GMBH [DE/DE]; Horbeller Strasse 15, 50858 Köln (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): LINDEMANN, Dr.

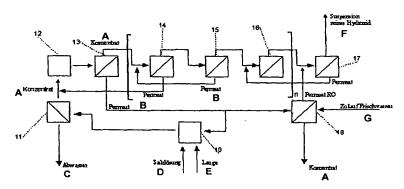
Johannes [DE/DE]; Rolandsmühle, 53619 Rheinbreitbach (DE). MANDERSCHEID, Karl [DE/DE]; Jakobstrasse 6, 50354 Hürth-Fischenich (DE). SCHNEIDER, Manfred [DE/DE]; Handwerkerstr. 9, 66740 Saarlouis (DE).

- (74) Anwalt: TONGBHOYAI, Dr. Martin; Patentanwälte Freischem, An Gross St. Martin 2, 50667 Köln (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR PRODUCING A METAL HYDROXIDE

(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR ERZEUGUNG EINES METALLHYDROXIDS



A. CONCENTRATE

**B. PERMEATE** 

C. WASTE WATER

D. SALT SOLUTION

E. LYE

E. LYE
F. SUSPENSION OF A PURE HYDROXIDE
G. FRESH WATER SUPPLY

(57) Abstract: The invention relates to a method and a device for producing a metal hydroxide, especially magnesium hydroxide, from a salt solution. The metal is first precipitated from the salt solution and the suspension obtained in this way is then filtered.

The sim of the invention is to provide a method and a device by which means a highly pure metal hydroxide, especially magnesium The aim of the invention is to provide a method and a device by which means a highly pure metal hydroxide, especially magnesium hydroxide, can be easily, economically and rapidly produced. To this end, the suspension is filtered by means of at least one filter (13 - 17) pertaining to a cross-flow filtration installation (13 - 17), and a permeate created by the filtering of the suspension is redirected to the cross-flow filtration installation (14 - 17).





TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

#### Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht

vor Ablauf der f\(\textit{u}\)r \(\textit{Anderungen der Anspr\(\text{u}\)che geltenden
 \)
 Frist; \(\text{Ver\tilde{off}}\)entlichung wird wiederholt, falls \(\text{Anderungen}\)
 eintreffen

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Erzeugung eines Metallhydroxids, insbesondere Magnesiumhydroxid, aus einer Salzlö-sung, wobei das Metall zunächst aus der Salzlösung gefällt und die auf diese Weise entstehende Suspension anschliessend gefiltert wird. Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung anzugeben, durch die eine einfache, kostengünstige und schnelle Erzeugung von Metallhydroxid, insbesondere Magnesiumhydroxid, in hoher Reinheit ermöglicht wird. Erfindungsgemäss wird dies dadurch erreicht, daß die Suspension durch mindestens einen Filter (13 - 17) einer Quer-stromfiltrationsanlage (13 - 17) gefiltert wird und dass ein durch die Filterung der Suspension entstehendes Permeat der Querstromfiltrationsanlage (14 - 17) wieder zugeführt wird.



#### Verfahren und Vorrichtung zur Erzeugung eines Metallhydroxids

5

#### Beschreibung

10

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Erzeugung eines Metallhydroxids, insbesondere Magnesiumhydroxid, nach den Oberbegriffen der Ansprüche 1 bzw. 20.

15

Metallhydroxide sind Rohstoffe, die in vielfältiger Weise industriell benötigt werden. Dies gilt insbesondere für Magnesiumhydroxid, das beispielsweise zur Reinigung von Rauchgasen und in der Abwasserbehandlung eingesetzt wird. Reines Magnesiumhydroxid wird insbesondere als Zuschlagstoff für Waschmittel, als Additiv in der Kunststoffverarbeitung und als pharmazeutisch wirksamer Bestandteil in Magenmitteln verwendet.

In der Natur kommen Metallhydroxide in den verschiedensten Formen vor. Beispielsweise kommt Magnesiumhydroxid als Bruzit vor. Bis heute wird es hauptsächlich aus Endlaugen der Kalisalzverarbeitung oder durch Fällung aus Meerwasser, welches im Mittel ca. 0.5% Magnesium enthält, gewonnen. Beiden Flüssigkeiten, also der Endlauge oder dem Meerwasser, werden hierzu in der Regel Kalkmilch zugesetzt, wodurch Magnesiumhydroxid aus den Flüssigkeiten gefällt wird. Anschließend wird dieses in Filterpressen abgeschieden. Ähnliche Verfahren kennt man für weitere Metallhydroxide.

Die bekannten Verfahren weisen den Nachteil auf, daß die Abscheidung des Magnesiumhydroxids wegen eines schmierigen Niederschlages in den genannten Flüssigkeiten große Filterflächen und große Filterzeiten erfordert.

Dies führt zu langen und teuren Herstellungsverfahren sowie zu teuren und aufwendigen baulichen Maßnahmen bei der Herstellungsvorrichtung.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Erzeugung eines Metallhydroxids anzugeben, durch die eine einfache, kostengünstige und schnelle Erzeugung des Metallhydroxids in hoher Reinheit ermöglicht wird.

-2-

5

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß mit einem Verfahren zur Erzeugung eines Metallhydroxids mit den Merkmalen des Anspruchs 1 charakterisiert. Eine Vorrichtung zur Durchführung insbesondere des erfindungsgemäßen Verfahrens ist durch die Merkmale des Anspruchs 20 charakterisiert.

10

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird aus einer Salzlösung zunächst das Metall in Form von Hydroxid ausgefällt. Hierdurch entsteht eine Suspension. Diese Suspension wird anschließend filtriert. Hierzu wird nun eine Querstromfiltertechnik verwendet: die salzlösungshaltige Suspension wird durch einen Filter mittels der Querstromfiltertechnik gefiltert. Ein bei der Filterung der salzlösungshaltigen Suspension entstehendes Permeat wird der Querstromfiltrationsanlage wieder zugeführt, wobei es sich hier vorzugsweise um eine Rückführung des Permeats in die Querstromfiltrationsanlage handelt.

20

Die Erfindung beruht auf der Erkenntnis, daß die durch die Fällung erzeugten Partikel bei der Querstromfiltration aufgrund der hierbei vorhandenen turbulenten Strömungsbedingungen überwiegend im Strömungskern transportiert werden. Aufgrund der turbulenten Strömungsbedingungen wird eine gleichmäßige Auswaschung von gelösten Fremdstoffen ermöglicht. Durch die Zu- bzw. Rückführung des Permeats in die Querstromfiltrationsanlage erfolgt eine immer wiederkehrende Reinigung der das Metallhydroxid enthaltenden Lösung mit dem immer salzfreier werdenden Permeat, so daß störende Fremdstoffe in beliebiger Konzentration von dieser Lösung getrennt werden können. Die das Metallhydroxid enthaltene Suspension wird so kontinuierlich von Salzen und weiteren Stoffen befreit. Somit ist es möglich, Metallhydroxid auf einfache Weise in sehr guter Qualität zu erhalten.

Nach einer ersten Ausführungsform der Erfindung wird das Permeat eines 35 Filters mindestens einem anderen Filter der Querstromfiltrationsanlage zugeführt. Hierunter wird vorzugsweise die Rückführung des Permeats des einen Filters zu dem anderen Filter verstanden. Nach einer weiteren Ausführungsform der Erfindung wird die salzlösungshaltige Suspension mittels eines Membranfilters gefiltert. Vorzugsweise weist der Membranfilter Poren auf, die eine Porenweite von bis zu 30 Mikrometern haben. Bei einer besonders bevorzugten Ausführungsform 5 beträgt die Porenweite zwischen 0.05 und 0.5 Mikrometer.

Vorzugsweise wird die Salzlösung zur Fällung des Metalls einem Reaktionsbehälter zugeführt, in dem das Metall in Form von Hydroxid ausgefällt wird. Ferner ist vorzugsweise vorgesehen, nach der Filterung ein aus dem 10 Filter gewonnenes Konzentrat zur endgültigen Gewinnung des Metallhydroxids zu reinigen.

Bei einer besonderen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens ist folgendes vorgesehen: Zunächst wird die Salzlösung, die das Metall 15 enthält, in einem Reaktionsbehälter alkalisch gemacht. Hierdurch wird das Metall in Form eines Hydroxids gefällt, das sehr feindispers in einer Suspension vorhanden ist, die durch die Fällung erzeugt wurde. Die Suspension wird vorzugsweise einem Arbeitsbehälter zugeführt, der an einer Querstromfiltrationsanlage, beispielsweise eine Ultra- oder eine Mikrofiltra-20 tionsanlage, angeschlossen ist. In dieser Anlage wird vorzugsweise über einen Membranfilter ein Permeat abgetrennt, das in Form einer metallhydroxidfreien Salzlösung vorliegt. Das Permeat wird zu einer Umkehrosmoseneinheit geleitet, sofern der Gehalt an gelösten Salzen nicht derart hoch ist, daß er von der Umkehrosmoseeinheit nicht verarbeitet werden kann. Das 25 von dem Membranfilter zurückgehaltene Konzentrat enthält eine konzentrierte Suspension mit Metallhydroxid, die vorzugsweise wieder in den Arbeitsbehälter zurückgeleitet wird. Dem Arbeitsbehälter fließt zusätzlich Reinwasser zu, das zur Ausspülung von weiteren löslichen Salzen verwendet wird. Das Reinwasser wird vorzugsweise aus der Umkehrosmoseneinheit 30 entnommen. Das bei der Umkehrosmose entstehende Konzentrat, das insbesondere die löslichen Salze enthält, wird ausgeschleust. Das heißt, es wird für das erfindungsgemäße Verfahren nicht mehr verwendet. Das vorstehend beschriebene Ausführungsbeispiel weist den Vorteil auf, daß die das Metallhydroxid enthaltene Suspension kontinuierlich von Salzen und 35 weiteren Stoffen befreit wird, die als Konzentrate über die Umkehrosmoseneinheit ausgeschleust werden.

Die vorstehend genannte Ausführungsform beruht auf folgenden Überlegungen: Aufgrund der stark turbulenten Strömungsbedingungen, die Querstromfiltrationsanlagen eigen ist, wirkt der Filtrationsprozeß als Mischorgan, so daß eine sehr gleichmäßige Auswaschung von gelösten Fremdstoffen 5 ermöglicht wird. Aufgrund der intensiven Aufmischung wird in der Suspension ein sehr kleines Korn erzeugt, da durch die turbulente Strömungsführung die Bildung von Agglomeraten in der Suspension verhindert wird und gebildete Agglomerate zerschlagen werden. Da hierdurch stationäre Teilcheagglomerats verhindert "Konzentrationsinseln" innerhalb eines 10 werden, intensiviert und beschleunigt dieser Vorgang auch die Ausspülung von gelösten Fremdstoffen, die bei den bisher bekannten Verfahren sehr lange dauern. Durch zyklisches Hochfahren der Partikelkonzentration im Arbeitsbehälter und anschließendes Verdünnen durch Zulauf von Reinwasser kann jede beliebige Reinheitsqualität erzeugt werden, ohne daß zusätzliche 15 Reinigungsstufen zu integrieren sind.

Bei einer weiteren Ausführungsform der Erfindung wird die salzlösungshaltige Suspension mittels mindestens zwei Filtern gefiltert, wobei ein erster Filter vor einem zweiten Filter angeordnet bzw. geschaltet ist. Vorzugsweise sind diese Filter jeweils in einer Filterstufe angeordnet, die hintereinandergeschaltet sind.

Es ist weiterhin vorzugsweise vorgesehen, daß das durch den zweiten Filter tretende Permeat zurück zu dem ersten Filter geführt wird.

25

Bei einer weiteren Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird mindestens einem Filter bzw. mindestens einer der Filterstufen Reinwasser zur Ausspülung mindestens eines löslichen Salzes aus der Suspension zugeführt, die bei der Fällung des Metalls aus der Salzlösung entstanden ist.

30 Desweiteren ist es von Vorteil, daß das die erste Filterstufe bzw. den ersten Filter verlassende Permeat einer Umkehrosmoseneinheit zugeführt wird, sofern die Salzkonzentrationen – wie oben bereits beschrieben – dieses zulassen. Bevorzugt wird das mittels der Umkehrosmoseneinheit gewonnene Reinwasser dem zweiten Filter bzw. der Filterstufe zugeführt. Ferner ist vorzugsweise vorgesehen, daß das den Filter der zweiten Filterstufe verlassende Permeat der ersten Filterstufe zugeführt wird. Vorzugsweise wird der ersten Filterstufe auch eine weitere Filterstufe vorgeschaltet, mit der aus der Suspension möglichst viel Salzlösung entfernt wird.



Sämtliche vorstehend genannten Ausführungsbeispiele beruhen auf dem Prinzip der Extraktion im Gegenstrom. Mehrere Querstromfiltrationsstufen werden hintereinandergeschaltet oder hintereinander betrieben (also mehrmals hintereinander benutzt), wobei der letzten Querstromfiltrationsstufe vorzugsweise ein salzfreies Permeat der Umkehrosmose zufließt. Die letzte Querstromfiltrationsstufe verläßt dann ein Konzentrat, das mit salzfreiem Permeat gewaschen wurde. Das nun nur leicht mit gelösten Salzen kontaminierte Permeat dieser Querstromfiltrationsstufe wird dann der vorherigen Querstromfiltrationsstufe zum Herauswaschen der dort vorliegenden Salze zugeführt. Durch Hintereinanderschalten von mehreren Querstromfiltrationsstufen kann mit diesem Gegenstromprozeß Metallhydroxid in quasi beliebiger Reinheit erzeugt werden. Ein weiterer Vorteil ist, daß die zur Reinigung benötigte Menge an Reinwasser reduziert wird.

15

Bei einer weiteren Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahren erfolgt die Fällung des Metalls mittels Kalkmilch oder Natronlauge.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Durchführung insbesondere des oben beschriebenen Verfahrens ist durch die Merkmale des Anspruchs 20 charakterisiert. Sie weist mindestens einen Reaktionsbehälter oder Reaktionseinheit zur Fällung des Metalls aus der Salzlösung sowie mindestens eine Filterstufe, die mindestens einen Filter aufweist, zur Filterung der durch die Fällung entstandenen salzlösungshaltigen Suspension auf. Durch den Filter dringt ein Permeat. Ferner ist mindestens eine Leitung zur Zuführung bzw. Zurückführung des Permeats in mindestens eine der Filterstufen vorgesehen.

Nachfolgend werden Ausführungsbeispiele der Erfindung anhand von 30 Figuren näher beschrieben. Es zeigen

Figur 1 eine Prinzipdarstellung einer ersten Vorrichtung zur
Durchführung des Verfahrens, wobei Magnesiumhydroxid aus
einem Konzentrat erzeugt wird;

35

Figur 2 eine Prinzipdarstellung einer zweiten Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens, wobei Magnesiumhydroxid aus einem Konzentrat erzeugt wird;

5

CT/EP03/02859

Figur 3 eine Prinzipdarstellung einer dritten Vorrichtung zur Durchführung eines weiteren Verfahrens, wobei Magnesiumhydroxid aus einem Konzentrat erzeugt wird.

Figur 1 zeigt in einer Prinzipdarstellung eine erste erfindungsgemäße Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, bei der Magnesiumhydroxid aus einem Konzentrat erzeugt wird. Die einzelnen Baueinheiten werden anhand der Beschreibung des erfindungsgemäßen Verfahrens näher erläutert.

Eine Magnesium enthaltende Salzlösung wird einem Reaktionsbehälter 1 zugeführt, in dem die Lösung durch Zugabe von Kalkmilch oder Natronlauge alkalisch gemacht wird. Nach Erreichen eines ph-Wertes von ca. 11.5 ist 15 das gesamte Magnesium in Form von Hydroxid gefällt und liegt feindispers in der so entstandenen Suspension vor. Die Suspension wird sodann einem Arbeitsbehälter 2 zugeführt, der an eine Filtrationsstufe 3 angeschlossen ist. Mittels der Filtrationsstufe 3 wird ein Permeat abgetrennt, das eine magnesiumhydroxidfreie Lösung ist und die einer Umkehr-osmoseneinheit 4 20 zugeführt wird. Das von der Membran zurückgehaltene Konzentrat enthält im Unterschied zu der im Reaktionsbehälter hergestellten Suspension eine konzentriertere Suspension mit Magnesiumhydroxid, die wieder in den Arbeitsbehälter 2 zurückgeleitet wird. Dem Arbeitsbehälter 2 fließt zusätzlich Reinwasser zu, das zusammen mit der Filtrationsstufe 3 dazu dient, 25 weitere Salze auszuspülen. Das Reinwasser wird der Umkehrosmoseneinheit 4 entnommen, deren Konzentrat entsorgt wird. Nach mehrmaligem Durchlauf dieses Verfahrens wird das von der Filtrationsstufe 3 zurückgehaltene Konzentrat abgeführt, das nur noch hochreines Magnesiumhydroxid enthält.

Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, bei dem Magnesiumhydroxid aus einem Konzentrat erzeugt wird, ist in Figur 2 dargestellt. Die dargestellte Vorrichtung weist mehrere hintereinandergeschaltete Querstromfiltrationsstufen 6 bis 8 auf (nachfolgend jeweils Filterstufe genannt), die jeweils einen Membranfilter aufweisen. Die Porenweite des Membranfilters liegt hier zwischen 0.05 und 0.5 Mikrometern.

CT/EP03/02859

Die das Magnesium enthaltende Lösung wird in einem Reaktionsbehälter 5 mit Natronlauge versetzt, so daß das Magnesium in Form von Magnesium-hydroxid ausfällt. Anschließend wird die auf diese Weise entstehende Suspension einer ersten Filterstufe 6 zugeführt, mit der eine Vorfiltration vorgenommen wird. Das durch den Membranfilter der Filterstufe 6 tretende Permeat in Form von Wasser und löslichen Salzen wird in einen Kanal abgeleitet. Das aus der Filterstufe 6 erzeugte Konzentrat wird einer weiteren Filterstufe 7 zugeführt. Das Permeat dieser Filterstufe 7 wird einer Umkehrosmoseneinheit 9 zugeführt. Deren Permeat ist hochreines Wasser und wird einer weiteren Filterstufe 8 zugeführt. Das Konzentrat der Umkehrosmoseneinheit 9 wird in einen Kanal zur Entsorgung abgeleitet.

Das durch die Filterstufe 8 erzeugte Permeat weist nur noch geringe Mengen an Salzen auf und wird zum Entfernen von weiteren Salzen zurück in die Filterstufe 7 geführt, die vor der Filterstufe 8 geschaltet ist. Das durch die Filterstufe 8 erzeugte Konzentrat weist das hochreine Magnesiumhydroxid auf.

Ein weiteres Ausführungsbeispiel einer erfindungsgemäßen Vorrichtung, das das erfindungsgemäße Verfahren verwendet, zeigt Figur 3. Einer in einen Reaktionsbehälter 10 geleiteten, das Magnesium enthaltenden Salzlösung wird eine Lauge zugegeben, wodurch Magnesiumhydroxid gefällt wird. Die hierdurch entstehende salzlösungshaltige Suspension wird einer dem Reaktionsbehälter 10 nachgeschalteten Vorfiltrationsstufe 11 zugeleitet. Das bei der Vorfiltration entstehende Konzentrat wird an einen der Vorfiltrationsstufe 11 nachgeschalteten Mischer 12 weitergeleitet, auf dessen Funktion weiter unten noch näher eingegangen wird. Die bei der Vorfiltration zurückgehaltenen Reststoffe werden in das Abwasser geleitet.

Vom Mischer 12 gelangt die Suspension in mehrere hintereinandergeschaltete Filterstufen 13 bis 17, wobei immer das Konzentrat einer Filterstufe an die nachgeschaltete Filterstufe weitergeleitet wird. Das die einzelnen Filterstufen verlassende Permeat wird in jeweils verschiedene Bauteile der erfindungsgemäßen Vorrichtung zurückgeleitet, wobei es vorzugsweise in vorgeschaltete Filterstufen zurückgeleitet wird. Beispielsweise wird das Permeat der Filterstufe 15 in die Filterstufe 14 und das Permeat der Filterstufe 17 in die Filterstufe 16 zurückgeleitet. Das Permeat wird bei jeder Filterstufe immer salzfreier. Dem Mischer 12 wird das Permeat der Filter-



stufe 14 zugeführt, das anschließend mit dem Konzentrat der Vorfiltrationsstufe 11 im Mischer 12 vermischt wird.

Der Filterstufe 17 wird das Konzentrat der Filterstufe 16 sowie das Permeat einer Umkehrosmoseneinheit 18 zugeführt, das nahezu salzfrei ist. Der Umkehrosmoseneinheit 18 selbst wird entweder Frischwasser oder das Permeat der Filterstufe 13 zugeführt. Das Konzentrat der Filterstufe 17 ist nahezu salzfrei und enthält fast ausschließlich das hochreine Magnesiumhydroxid.

10

Das erfindungsgemäße Verfahren bzw. die erfindungsgemäße Vorrichtung weist den Vorteil auf, daß das nur leicht mit gelösten Salzen kontaminierte Permeat einer Filterstufe in eine vorgeschaltete Filterstufe zum Herauswaschen der dort vorliegenden Salze zurückgeführt wird. Durch Hintereinanderschalten von mehreren Filterstufen kann mit diesem Gegenstromprozeß Metallhydroxid in quasi beliebiger Reinheit erzeugt werden. Beispielsweise kann die mit der großen Klammer in Figur 3 dargestellte Anordnung von Filterstufen beliebig oft hintereinandergeschaltet werden.

\* \* \* \* \* \* \*



## Bezugszeichenliste

1 Rea	ktionsb	ehälter
-------	---------	---------

- 2 Arbeitsbehälter
- 5 3 Filtrationsstufe
  - 4 Umkehrosmoseneinheit
  - 5 Reaktionsbehälter
  - 6 Filterstufe
- 10 7 Filterstufe
  - 8 Filterstufe
  - 9 Umkehrosmoseneinheit
  - 10 Reaktionsbehälter
- 15 11 Vorfiltrationsstufe
  - 12 Mischer
  - 13 Filterstufe
  - 14 Filterstufe
  - 15 Filterstufe
- 20 16 Filterstufe
  - 17 Filterstufe
  - 18 Umkehrosmoseneinheit

25

\* \* \* \* \* \* \*

### Patentansprüche

1. Verfahren zur Erzeugung eines Metallhydroxids, inbesondere Magnesiumhydroxid, aus einer Salzlösung, wobei ein Metall zunächst aus der Salzlösung gefällt und die auf diese Weise entstehende salzlösungshaltige Suspension anschließend gefiltert wird,

### dadurch gekennzeichnet,

10

daß die Suspension durch mindestens einen Filter (3, 6 - 8, 13 - 17) einer Querstromfiltrationsanlage (3, 6 - 8, 13 - 17) gefiltert wird und daß ein durch die Filterung der Suspension entstehendes Permeat der Querstromfiltrationsanlage (3, 7, 14 - 17) wieder zugeführt wird.

15

- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Permeat eines der Filter (8, 15, 17) mindestens einem anderen Filter (7, 14, 16) der Querstromfiltrationsanlage zugeführt wird.
- 20 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Suspension mittels eines Membranfilters gefültert wird.
  - 4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Suspension mittels eines Membranfilters mit Poren gefiltert wird, deren Porenweite bis zu 30 Mikrometern beträgt.
    - 5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Suspension mittels eines Membranfilters mit Poren gefiltert wird, deren Porenweite zwischen 0.05 und 0.5 Mikrometer liegt.

30

6. Verfahren nach mindestens einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Salzlösung zur Fällung des Metalls einem Reaktionsbehälter (1, 5, 10) zugeführt wird, in der das Metall in Form von Metallhydroxid ausgefällt wird.

5

10

30

35

- 7. Verfahren nach mindestens einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß ein aus dem Filter (8, 17) gefiltertes Konzentrat zur Gewinnung des Metallhydroxids gereinigt wird.
- 8. Verfahren nach mindestens einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Suspension mittels mindestens zwei Filtern (6 8, 13 17) gefiltert wird, wobei ein erster vor einem zweiten Filter (6 8, 13 17) angeordnet ist.
- 9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß das durch den zweiten Filter (8, 15, 17) tretende Permeat zurück zu dem ersten Filter (7, 14, 16) geführt wird.
- 15 10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß ein am zweiten Filter (8, 15, 17) entstehendes Konzentrat in einer Reinigungseinheit zur Gewinnung von Metallhydroxid gereinigt wird.
- 11. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 8 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens einem der Filter (8) Reinwasser zur Ausspülung von mindestens einem löslichen Salz zugeführt wird.
- 12. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 8 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß das durch den ersten Filter (7) tretende Permeat
   25 einer Umkehrosmoseneinheit (9) zugeführt wird.
  - 13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß das mittels der Umkehrosmoseneinheit (9) gewonnene Reinwasser dem zweiten Filter (8) zugeführt wird.
  - 14. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 8 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Suspension mittels des ersten und des zweiten Filters (3, 6 8, 13 17) gefiltert wird, wobei die Filter (3, 6 8, 13 17) in jeweils einer Filterstufe angeordnet sind und eine erste Filterstufe vor einer zweiten Filterstufe angeordnet ist.

5

25

30

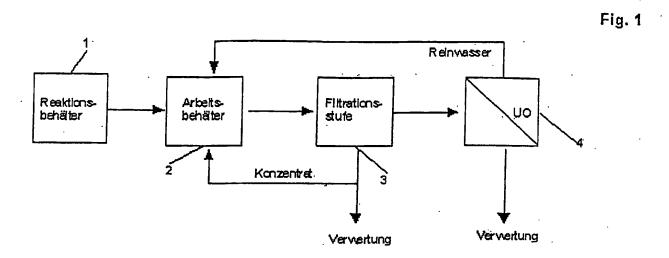
- 15. Verfahren nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß das durch den Filter (8) der zweiten Filterstufe tretende Permeat der ersten Filterstufe zugeführt wird.
- 16. Verfahren nach Anspruch 14 oder 15, dadurch gekennzeichnet, daß der ersten Filterstufe eine weitere Filterstufe (6) vorgeschaltet ist, mit der die Suspension vorgefiltert wird.
- 10 17. Verfahren nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß das Konzentrat der weiteren Filterstufe (6) in die erste Filterstufe geleitet wird und daß das Permeat der weiteren Filterstufe (6) einer Umkehrosmoseneinheit zugeführt wird.
- 15 18. Verfahren nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, daß das Permeat der Umkehrosmoseneinheit in die Reinigungseinheit gemäß Anspruch 11 geleitet wird.
- 19. Verfahren nach mindestens einem der vorangehenden Ansprüche, 20 dadurch gekennzeichnet, daß die Fällung des Metalls mittels Kalkmilch oder Natronlauge erfolgt.
  - 20. Vorrichtung zur Durchführung eines Verfahrens zur Erzeugung eines Metallhydroxids, inbesondere Magnesiumhydroxid, aus einer Salzlösung, wobei ein Metall zunächst aus der Salzlösung gefällt und die auf diese Weise salzlösungshaltige Suspension anschließend gefültert wird, mit
    - mindestens einem Reaktionsbehälter (1, 5, 10) zur Fällung des Metalls aus der Salzlösung,
    - mindestens einer Querstromfiltrationseinheit mit mindestens einem Filter (3, 6 8, 13 17) zur Filterung der Suspension, durch den ein Permeat dringt,

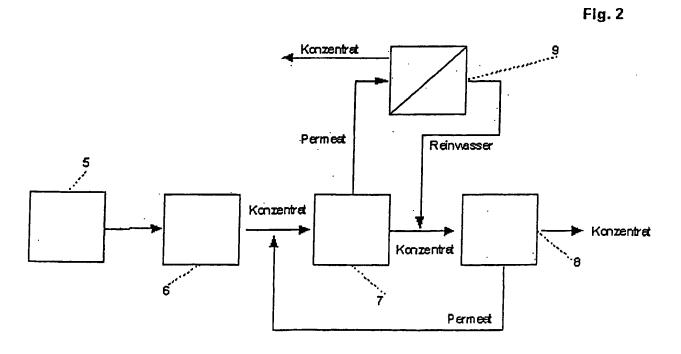
# dadurch gekennzeichnet,

daß mindestens eine Leitung zur Zurückführung des Permeats in die oder eine weitere Querstromsfiltrationseinheit (7) vorgesehen ist.

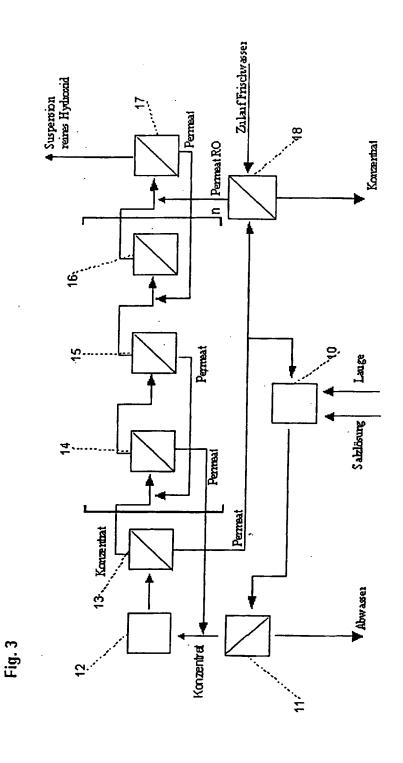
\* \* \* \* \*







**ERSATZBLATT (REGEL 26)** 







PCT/EP 03/02859 A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 C01F5/22 C01B13/36 B01D61/14 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) CO1F CO1B BO1D IPC 7 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data, PAJ, INSPEC, CHEM ABS Data C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages Relevant to claim No. Category ° 1 - 20DE 100 01 493 A (FRINGS RECYCLING ANLAGEN Υ GMBH ;SCHNEIDER MANFRED (DE)) 19 July 2001 (2001-07-19) the whole document 1-20 US 5 385 671 A (URBANIAK-HEDLEY FRANCIS D ET AL) 31 January 1995 (1995-01-31) the whole document 1-20 US 4 865 744 A (HAERTLING CHRISTIANE ET AL) 12 September 1989 (1989-09-12) claims 1-7 column 1, line 38-51 column 5, line 3-64 column 7, line 38-61 figure 1 Patent family members are listed in annex. Further documents are listed in the continuation of box C. Special categories of cited documents: \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance invention \*E\* earlier document but published on or after the International "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone filing date °L° document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such docu-ments, such combination being obvious to a person skilled "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means in the art. \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed \*&\* document member of the same patent family Date of mailing of the international search report Date of the actual completion of the international search 28/07/2003 9 July 2003 Authorized officer Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,

Rhodes, K

Fax: (+31-70) 340-3016



Internal al Application No PCT/EP 03/02859

		PCT/EP 03	/ UZ659 			
C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT						
Calegory °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages		Relevant to claim No.			
4	B. FRADIN, R.W. FIELD: "Crossflow microfiltration of magnesium hydroxide suspensions" SEPARATION AND PURIFICATION TECHNOLOGY, vol. 16, no. 1, 10 June 1999 (1999-06-10), pages 25-45, XP002247079 page 26 figure 4		1–20			
			·			
		·				



PCT/EP 03/02859

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)	Publication date
DE 10001493	Α	19-07-2001	DE	10001493 A1	19-07-2001
US 5385671	A	31-01-1995	EP ZA	0596712 A1 9307995 A	11-05-1994 13-06-1994
US 4865744	A	12-09-1989	CH EP JP	672995 A5 0302015 A2 1048864 A	31-01-1990 01-02-1989 23-02-1989

## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

eles Aktenzeichen

PCT/EP 03/02859

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES IPK 7 C01F5/22 C01B13/36 B01D61/14 C01F5/22 Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK B. RECHERCHIERTE GEBIETE Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole ) CO1F CO1B B01D Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal, WPI Data, PAJ, INSPEC, CHEM ABS Data C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile Betr. Anspruch Nr. Kategorie\* 1-20 DE 100 01 493 A (FRINGS RECYCLING ANLAGEN GMBH : SCHNEIDER MANFRED (DE)) 19. Juli 2001 (2001-07-19) das ganze Dokument 1-20 US 5 385 671 A (URBANIAK-HEDLEY FRANCIS D Y ET AL) 31. Januar 1995 (1995-01-31) das ganze Dokument 1-20 Y US 4 865 744 A (HAERTLING CHRISTIANE ET AL) 12. September 1989 (1989-09-12) Ansprüche 1-7 Spalte 1, Zeile 38-51 Spalte 5, Zeile 3-64 Spalte 7, Zeile 38-61 Abbildung 1 Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu Slehe Anhang Patentfamilie X "T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen "A" Veröffentlichung, die den aligemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist Erfindung zugrundellegenden Prinzips oder der ihr zugrundellegenden Theorie angegeben ist "E" ätteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erlindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden \*L\* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft er-scheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden «y soli oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kalegorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist \*&\* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist Absendedatum des internationalen Recherchenberichts Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

28/07/2003

Bevollmächtigter Bediensteter

Rhodes, K

Formblatt PCT/ISA/210 (Blatt 2) (Juli 1992)

9. Juli 2003

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl. Fax: (+31-70) 340-3016



Internationales Aktenzelchen
PCT/EP 03/02859

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN					
Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.			
A	B. FRADIN, R.W. FIELD: "Crossflow microfiltration of magnesium hydroxide suspensions" SEPARATION AND PURIFICATION TECHNOLOGY, Bd. 16, Nr. 1, 10. Juni 1999 (1999-06-10), Seiten 25-45, XP002247079 Seite 26 Abbildung 4	1-20			





Angaben zu Veröffentlichungen zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP 03/02859

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 10001493	Α	19-07-2001	DE	10001493 A1	19-07-2001
US 5385671	Α	31-01-1995	EP ZA	0596712 A1 9307995 A	11-05-1994 13-06-1994
US 4865744	Α	12-09-1989	CH EP JP	672995 A5 0302015 A2 1048864 A	31-01-1990 01-02-1989 23-02-1989